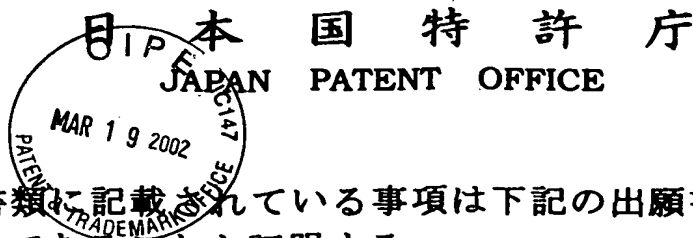


10/025,653



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年12月28日

出願番号

Application Number:

特願2000-402555

出願人

Applicant(s):

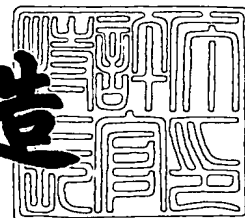
株式会社神戸製鋼所

RECEIVED
MAR 21 2002
TC 1700

2001年12月14日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3109267

【書類名】 特許願

【整理番号】 28064

【提出日】 平成12年12月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C23C 14/06

【発明の名称】 切削工具用硬質皮膜およびその製造方法

【請求項の数】 6

【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

 【氏名】 佐藤 俊樹

【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

 【氏名】 森川 恭臣

【発明者】

 【住所又は居所】 神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所
神戸総合技術研究所内

 【氏名】 山本 兼司

【発明者】

 【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸
製鋼所 高砂製作所内

 【氏名】 花栗 孝次

【発明者】

 【住所又は居所】 兵庫県高砂市荒井町新浜2丁目3番1号 株式会社神戸
製鋼所 高砂製作所内

 【氏名】 高原 一樹

【特許出願人】

 【識別番号】 000001199

【住所又は居所】 神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番 1 8 号

【氏名又は名称】 株式会社神戸製鋼所

【代理人】

【識別番号】 100067828

【弁理士】

【氏名又は名称】 小谷 悦司

【選任した代理人】

【識別番号】 100075409

【弁理士】

【氏名又は名称】 植木 久一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 012472

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703961

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 切削工具用硬質皮膜およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 $(Ti_a, Al_b, Cr_c)N$ からなる硬質皮膜であって、

$0.02 \leq a \leq 0.30$ 、

$0.55 \leq b \leq 0.765$ 、

$0.06 \leq c$ 、

$a + b + c = 1$

(a, b, c はそれぞれ Ti, Al, Cr の原子比を示す。以下同じ)、

または

$0.02 \leq a \leq 0.175$ 、

$0.765 \leq b$ 、

$4(b - 0.75) \leq c$ 、

$a + b + c = 1$ であることを特徴とする切削工具用硬質皮膜。

【請求項 2】 結晶構造が岩塩構造型を主体とするものである請求項 1 に記載の切削工具用硬質皮膜。

【請求項 3】 ビッカース硬さが 2850 以上かつ酸化開始温度が 840℃ 以上である請求項 1 または 2 に記載の切削工具用硬質皮膜。

【請求項 4】 前記請求項 1～3 のいずれかの切削工具用硬質皮膜の製造方法であって、窒素ガス雰囲気中で金属を蒸発させイオン化して被処理体上に Ti 、 Al および Cr の窒化物皮膜を形成する方法にて、前記金属とともに窒素ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを特徴とする切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 5】 ターゲットを構成する金属の蒸発およびイオン化をアーク放電にて行うアークイオンプレーディング法において、該ターゲットの蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって前記被処理体近傍における窒素ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜する請求項 4 に記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【請求項 6】 前記被処理体に印加するバイアス電位がアース電位に対して

- 7 0 V ~ - 3 0 0 V である請求項 5 に記載の切削工具用硬質皮膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チップ、ドリル、エンドミル等の切削工具の耐摩耗性を向上するための硬質皮膜およびその製造方法に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

従来より、超硬合金、サーメットまたは高速度工具鋼を基材とする切削工具の耐摩耗性を向上させることを目的に、TiN や TiCN、TiAlN 等の硬質皮膜をコーティングすることが行われている。

【 0 0 0 3 】

特に、Ti と Al の複合窒化皮膜（以下、TiAlN と記す）が、優れた耐摩耗性を示すことから、前記チタンの窒化物や炭化物、炭窒化物等からなる皮膜に代わって高速切削用や焼き入れ鋼等の高硬度材切削用の切削工具に適用されつつある。

【 0 0 0 4 】

前記 TiAlN 皮膜は、Al を添加することによって膜の硬度が上昇し、耐摩耗特性が向上することが知られているが、特許第 2 6 4 4 7 1 0 号には、TiAlN を $(Al_x, Ti_{1-x})N$ と表現した場合の Al の組成比 x が 0.7 以上で、ZnS 型の軟質 AlN が析出していることが示されている。また同特許には「Al 量 (x) が 0.75 を超える場合は、硬質皮膜が AlN に近似してくる結果、皮膜の軟質化を招き、十分な硬度が得られなくなり、フランク摩耗を容易に引き起こす」ことが記述されている。更に同特許の図 3 には、Al 組成比と膜硬度の関係が示され、Al 組成が 0.6 を超えた付近から硬度が低下しているが、これは Al 組成比 x が 0.6 ~ 0.7 の間で ZnS 型の AlN が析出し始め、Al の組成比増加とともに ZnS 型 AlN の析出が増加して、膜強度が低下することを示唆している。更に同特許には、耐酸化性について、Al 組成比 x が 0.56 以上で酸化開始温度が 800℃ 以上となり、前記 x 値の増加に伴い酸化開始温度も

上昇していく傾向が示されているが、硬度を考慮して規定している Al 組成比の上限：0.75 においては 850℃ 程度である。

【0005】

即ち TiAlN 膜では、Al の組成比を増加させて硬度を高めるにも限界があるため硬度と耐酸化性を同時に高めていくことができず、結果として耐摩耗性の向上にも限界がある。

【0006】

しかしながら、近年では、切削工具の使用条件としてより高速化・高能率化が要求されており、この様な切削工具を実現するため、更に優れた耐摩耗性を発揮する切削工具用硬質皮膜が求められている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであって、その目的は、高速・高能率切削が可能な、TiAlN よりも耐摩耗性に優れた切削工具用硬質皮膜を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明に係る切削工具用硬質皮膜とは、 $(Ti_a, Al_b, Cr_c)N$ からなる硬質皮膜であって、

$$0.02 \leq a \leq 0.30、$$

$$0.55 \leq b \leq 0.765、$$

$$0.06 \leq c、$$

$$a + b + c = 1$$

(a, b, c はそれぞれ Ti, Al, Cr の原子比を示す)、

または

$$0.02 \leq a \leq 0.175、$$

$$0.765 \leq b、$$

$$4(b - 0.75) \leq c、$$

$a + b + c = 1$ であることを要旨とし、その結晶構造が岩塩構造型を主体と

するものであることを好ましい形態とする。また本発明の切削工具用硬質皮膜は、ビッカース硬さが2850以上かつ酸化開始温度が840℃以上であることを好ましい条件とする。

【0009】

更に本発明は、上記切削工具用硬質皮膜を形成する方法も規定するものであって、窒素ガス雰囲気中で金属を蒸発させイオン化して被処理体上にTi、AlおよびCrの窒化物皮膜を形成する方法にて、前記金属とともに窒素ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを要旨としている。また本発明の切削工具用硬質皮膜の製造では、アーク放電を行ってターゲットを構成する金属を蒸発およびイオン化して被処理体上にTi、AlおよびCrの窒化物皮膜を形成するアークイオンプレーディング法(AIP法)において、前記ターゲットの蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって前記被処理体近傍における窒素ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜することを好ましい形態とする。尚、この場合に前記被処理体に印加するバイアス電位は、アース電位に対して-70V~-300Vとすることが好ましい。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明者らは、前述した様な状況の下で、より優れた耐摩耗性を発揮する切削工具用硬質皮膜の実現を目指して鋭意研究を進めた。その結果、指標として皮膜の硬度と耐酸化性を同時に高めることができれば耐摩耗性が著しく向上することを見出した。そして、その手段としてTiAlN膜に着目して研究を進めた結果、TiAlNにCrを添加することによって膜の硬度および耐酸化性が向上し、結果として耐摩耗性が飛躍的に向上することを突き止め、前記TiAlNとCrの定量的作用効果について更に追求を重ねた結果、上記本発明に想到したのである。

【0011】

即ち、本発明の硬質皮膜とは、Ti、AlおよびCrの窒化物(Ti_a, Al_b, Cr_c)Nからなる皮膜であって、該窒化物の組成が、

$$0.02 \leq a \leq 0.30, 0.55 \leq b \leq 0.765, 0.06 \leq c$$

$$a + b + c = 1$$

または

$$0.02 \leq a \leq 0.175, 0.765 \leq b, 4(b - 0.75) \leq c$$

$$a + b + c = 1$$

のものであるが、この様に皮膜中の金属成分Ti、AlおよびCrの組成を規定した理由について、以下詳細に説明する。

【0012】

TiAlNは岩塩構造型の結晶であり、岩塩構造型のTiNのTiのサイトにAlが置換して入った岩塩構造型の複合窒化物である。岩塩構造型のAlNは高温高压相であるため、高硬度物質であると予想される。したがって岩塩構造を維持しながらTiAlN中のAlの比率を高めればTiAlN膜の硬度を高めることができる。しかしながら岩塩構造型のAlNは常温常圧や高温低压では非平衡相であることから、気相コーティングを行っても通常は軟質のZnS型AlNしか生成せず、岩塩構造型AlN単体を生成することができない。

【0013】

ところがTiNは、岩塩構造型でかつ岩塩構造型のAlNと格子定数が近いいため、TiにAlを添加して窒化物を成膜すれば、TiNの構造にAlNが引き込まれて、常温常圧や高温低压でも岩塩構造型のTiAlNを生成させることができるのである。しかし前述したように、TiAlNを $(Al_x, Ti_{1-x})N$ と表現した場合のAlの組成比xが0.6~0.7を超えると、TiNによる引き込み効果が弱くなって軟質のZnS型AlNが析出する。

【0014】

ところでCrNの格子定数は、TiNよりも更に岩塩構造型AlNに近いいため、TiAlNのTiを一部Crに置換することで岩塩構造型AlNの比率をより一層高めることができる。この様にCr添加により膜中の岩塩構造型AlNの比率を高めることができれば、TiAlN膜よりも高硬度とすることが可能であると考えられる。

【0015】

一方、AlNおよびCrNは、耐酸化性もTiNより優れているため、耐酸化

性向上の観点からも、Tiの割合を減らしてAlとCrを添加することが好ましいのである。

【0016】

以下、本発明の $(Ti_a, Al_b, Cr_c)N$ 皮膜を構成する金属元素Ti、AlおよびCrの原子比a、bおよびcを規定した理由について詳細に述べる。

【0017】

まずAlについては、前記従来技術における皮膜 $TiAlN$ ($0.56 \leq Al \leq 0.75$)と同等以上の硬度および耐酸化性を得るため、その原子比bの下限を0.55とする。またCrを添加することで、上述の通り、皮膜中の岩塩構造型AlNの割合を増加させて硬度を高め、かつ耐酸化性も向上させることができるが、この様な効果を有効に発揮させるには、Crの原子比cの下限を0.06とする必要がある。ただし、Alの原子比bが0.765を超える場合には、Crの原子比cを下記範囲内となるようにする。

【0018】

即ち、図1は、 $(Ti, Al, Cr)N$ 膜における金属成分Ti、AlおよびCrの組成図を示したものであるが、この図1における $c = 4(b - 0.75)$ のラインより左側、即ち、 $c < 4(b - 0.75)$ になると、Crを添加しても膜中のAlNの結晶構造は軟質のZnS型の割合が高くなることから、膜の硬度が急激に低下する。従って、Alの原子比bが0.765を超える場合に、前記 $TiAlN$ ($0.56 \leq Al \leq 0.75$)と同等以上の硬度を得るには、Crの割合を $c \geq 4(b - 0.75)$ とする必要がある。

【0019】

また、前記 $TiAlN$ ($0.56 \leq Al \leq 0.75$)と同等以上の硬度を得るには、Tiの原子比aを0.02以上とする必要がある。その理由として、上述の如くCrを添加することで岩塩構造型AlNの比率を高めることができるが、CrNはTiNよりも硬度の低い物質であるので、TiをCrで置換するとその分硬度の低下が懸念される。従って一定以上の硬度を得るには、ある程度のTiを含む必要があること、また格子定数がCrN (4.14 Å) および岩塩構造型AlN (4.12 Å) と若干異なるTiN (4.24 Å) を混入させることによ

って、結晶の格子が歪んで硬くなることが挙げられる。

【0020】

一方、Tiの原子比が高すぎると、耐酸化性が前記TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) よりも劣ることとなるため、Tiの原子比aを0.30以下とする。

【0021】

尚、Tiの原子比を0.20未満とすることで、耐酸化性が更に向上し、TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) 膜が示す酸化開始温度の最高値850℃よりも更に高い酸化開始温度を示し、より優れた耐酸化性を確保することができる。従って、上記規定した組成範囲の中でも、

$$0.02 \leq a < 0.20, 0.55 \leq b \leq 0.765, 0.06 \leq c$$

$$a + b + c = 1$$

または

$$0.02 \leq a < 0.20, 0.765 \leq b, 4(b - 0.75) \leq c$$

$$a + b + c = 1 \text{ とすることが好ましい。}$$

【0022】

また、Alの原子比bを0.6以上にするとともに、Alの原子比上限を膜の結晶構造がほぼ岩塩構造単相となる領域に限定することで、耐酸化性だけでなく、TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) のうち最も高硬度を示すTi_{0.4}Al_{0.6}Nよりも更に高い硬度を得ることができる。

【0023】

従って、より好ましいa、b、cの範囲は、

$$0.02 \leq a < 0.20, 0.60 \leq b \leq 0.709$$

$$a + b + c = 1$$

または

$$0.02 \leq a < 0.20, 0.709 \leq b,$$

$$11/6 \times (b - 0.66) \leq c$$

$$a + b + c = 1 \text{ である。}$$

【0024】

尚、本発明の硬質皮膜の結晶構造は、実質的に岩塩構造型を主体とするものであることが好ましい。前述のようにZnS型構造が混入すると高強度を確保することができないからである。

【0025】

上記岩塩構造型を主体とする結晶構造とは、 $\theta - 2\theta$ 法によるX線回折における岩塩構造を示すピークのうち、(111)面、(200)面、(220)面、(311)面、(222)面、(400)面のピーク強度をそれぞれ、IB(111)、IB(200)、IB(220)、IB(311)、IB(222)、IB(400)とし、ZnS型構造を示すピークのうち、(100)面、(102)面、(110)面のピーク強度をそれぞれ、IH(100)、IH(102)、IH(110)とした場合に、下記式(1)の値が0.8以上となるような結晶構造のことをいう。0.8未満になると膜の硬度が本発明で好ましいとする硬度よりも低くなるからである。

【0026】

前記ZnS型構造のピーク強度は、X線回折装置にてCuのK α 線を用い、(100)面は $2\theta = 32^\circ \sim 33^\circ$ 付近、(102)面は $2\theta = 48^\circ \sim 50^\circ$ 付近、また(110)面は $2\theta = 57^\circ \sim 58^\circ$ 付近に現れるピークの強度を測定して求める。尚、ZnS型の結晶はAlNが主体であるが、TiやCrが混入しているため、実測されるZnS型AlNのピーク位置は、JCPDSカードのZnS型AlNのピーク位置と若干ずれる。

【0027】

【数 1】

$$\frac{\text{IB}(111)+\text{IB}(200)+\text{IB}(220)+\text{IB}(311)+\text{IB}(222)+\text{IB}(400)}{\text{IB}(111)+\text{IB}(200)+\text{IB}(220)+\text{IB}(311)+\text{IB}(222)+\text{IB}(400)+\text{IH}(100)+\text{IH}(102)+\text{IH}(110)} \quad (1)$$

【0028】

上記皮膜の膜厚は、0.5 μm以上20 μm以下であることが望ましい。0.5 μm未満だと膜厚が薄すぎて耐摩耗性が好ましくない。一方、上記膜厚が20 μmを超えると、切削中に膜の欠損や剥離が発生するからである。尚、より好ましい膜厚は、1 μm以上、15 μm以下である。

【0029】

更に、Alの組成比が高くても結晶構造が実質的に岩塩構造型を主体とする（Ti, Al, Cr）N皮膜を作製するには、本発明で規定する様な方法で成膜す

ることが大変有効である。即ち、窒素ガス雰囲気中でアーク放電を行ってターゲットを構成する金属を蒸発させてイオン化し、被処理体上にTi、AlおよびCrの窒化物皮膜を形成する方法にて、前記金属とともに窒素ガスのプラズマ化を促進しつつ成膜する方法であり、このとき前記被処理体近傍における窒素ガスのプラズマ化を、ターゲットの蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行するよう形成した磁力線によって促進しつつ成膜することを好ましい形態とする。

【0030】

アークイオンプレーディング(AIP)装置においては、従来のように磁場がターゲットの裏側に配置されたカソード蒸発源では本発明の皮膜を作製することが困難であり、磁石がターゲットの横または前方に配置されて、ターゲット蒸発面にほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行する磁力線を形成し、この磁力線によって窒素ガスのプラズマ化を促進することが本発明の硬質皮膜を形成する上で大変有効なのである。

【0031】

本発明を実施するための装置の一例として、図2にAIP装置を示しながら簡単に説明する。

【0032】

このAIP装置は、真空排気する排気口11および雰囲気ガスを供給するガス供給口12とを有する真空容器1と、アーク放電によって陰極を構成するターゲットを蒸発させてイオン化するアーク式蒸発源2と、コーティング対象である被処理体(切削工具)Wを支持する支持台3と、この支持台3と前記真空容器1との間で支持台3を通して被処理体Wに負のバイアス電圧を印加するバイアス電源4とを備えている。

【0033】

前記アーク式蒸発源2は、陰極を構成するターゲット6と、このターゲット6と陽極を構成する真空容器1との間に接続されたアーク電源7と、ターゲット6の蒸発面Sにほぼ直交して前方に発散ないし平行に進行し、被処理体Wの近傍まで伸びる磁力線を形成する磁界形成手段としての磁石(永久磁石)8とを備えて

いる。被処理体Wの近傍付近における磁束密度としては、被処理体の中心部において磁束密度が10G（ガウス）以上、好ましくは30G以上とするのが良い。尚、蒸発面にほぼ直交するとは、蒸発面の法線方向に対して0°を含み、30°程度以下の角度をなすことを意味する。

【0034】

図3は、本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図であるが、前記磁界形成手段としての磁石8は、ターゲット6の蒸発面Sを取り囲むように配置されている。磁界形成手段としては、前記磁石に限らず、コイルとコイル電源とを備えた電磁石でも良い。また、磁石の配置場所は図4に示すように、ターゲット6の蒸発面Sの前方（被処理体側）を取り囲むように設けても良い。尚、図2では、チャンバーをアノードとしたが、例えばターゲット側面前方を取り囲むような円筒形状の専用アノードを設けても良い。

【0035】

尚、図5に示す従来のAIP装置のアーク式蒸発源102にも、アーク放電をターゲット106上に集中させるための電磁石109を備えたものがあるが、電磁石109がターゲット106の裏側に位置しているため、磁力線がターゲット蒸発面近傍でターゲット表面と平行となり、磁力線が被処理体Wの近傍にまで伸びないようになっている。

【0036】

本発明で使用するAIP装置のアーク式蒸発源と、従来のそれとの磁場構造の違いは、雰囲気ガスのプラズマの広がり方の違いにある。

【0037】

前記図4に示すように、放電で発生した電子eの一部が磁力線に巻き付くように運動を行い、この電子が雰囲気ガスの窒素分子と衝突することによって窒素ガスがプラズマ化する。前記図5における従来の蒸発源102では、磁力線がターゲット近傍に限られるため、上記の様に生成された窒素ガスのプラズマの密度はターゲット近傍が最も高く、被処理体Wの近傍ではプラズマ密度がかなり低いものとなっている。これに対し、図3および図4に示す様な本発明で使用する蒸発源では、磁力線が被処理体Wにまで伸びるため、被処理体W近傍における窒

素ガスのプラズマ密度が従来の蒸発源に比べ格段に高いものとなっている。

【0038】

そして、この様な窒素のプラズマ密度の違いが、生成される膜の結晶構造に影響を与えると考えられる。図6はこの様な影響を確認した一実施例であり、組成が $(\text{Ti}_{0.1}, \text{Cr}_{0.2}, \text{Al}_{0.7})\text{N}$ の膜を、従来の蒸発源と本発明者等の蒸発源をそれぞれ用いて成膜したときの TiCrAlN 膜のX線回折結果を示したものである。図6中の「B1」は岩塩構造、「Hex」はZnS型構造を表し、() は結晶面を表している。また、図6中における記号のないピークは、基板（超硬合金）のピークを示している。成膜条件は、両蒸発源ともにアーク電流100A、窒素ガス圧力20mtorr、基板温度400℃とし、基板のバイアス電圧を50V～300Vの範囲内で変化させている。尚、バイアスの電位は、アース電位に対してマイナスとなるように印加しており、例えばバイアス電圧100Vとは、アース電位に対してバイアス電位が-100Vであることを示す。

【0039】

この図6（2）に示されるように、磁石がターゲットの背面に位置している従来のAIP装置の蒸発源では、バイアス電圧を300Vまで上げて、立方晶である岩塩構造型と六方晶であるZnS型との混合相しか生成できないが、図6（1）に示されるように、磁石がターゲット側面に位置している本発明のAIP装置の蒸発源を用いると、バイアス電圧をアース電位に対して70V以上とすることで岩塩構造型単相の膜が得られることがわかる。

【0040】

もともと岩塩構造型AlNは、常温常圧では非平衡相であり生成しにくい物質であるが、本発明者等の蒸発源によって窒素のプラズマ化が促進されて、窒素が高エネルギーの粒子となっているため、非平衡相である岩塩構造型AlNが生成し易くなっているものと考えられる。

【0041】

尚、前記バイアス電圧を上げることで、プラズマ化した窒素や金属イオンのエネルギーが高くなり、膜の岩塩構造化が促進されることとなるため、100V以上とすることがより好ましい。しかしバイアス電圧が高すぎると、プラズマ化し

た窒素によって膜がエッチングされ、成膜速度が極端に小さくなるためあまり実用的でない。従って、バイアス電圧は300V以下とすることが好ましく、より好ましくは260V以下である。

【0042】

本発明では、成膜方法としてAIP法について述べたが、金属元素とともに窒素ガスのプラズマ化が促進される成膜方法であれば、AIP法に限定されるものではなく、例えば、パルススパッタリング法や窒素のイオンビームアシストデポジション法で成膜することができる。

【0043】

【実施例】

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に含まれる。

【0044】

【実施例1】

前記図2に示すAIP装置のカソードにTi、Cr、Alからなるターゲット合金を取り付け、さらに、支持台上に被処理体として超硬合金製チップ、超硬合金製エンドミル（直径10mm、2枚刃）、又は白金を取り付け、チャンバー内を真空状態にした。その後、チャンバー内にあるヒーターで被処理体の温度を400℃に加熱し、窒素ガスを導入してチャンバー内の圧力を20mtorrにしてアーク放電を開始し、基板の表面に膜厚4 μ mの皮膜を形成した。なお、成膜中にアース電位に対して基板がマイナス電位となるよう150Vのバイアス電圧を基板に印加した。

【0045】

成膜終了後、膜中の金属成分組成、膜の結晶構造、ビッカース硬度および酸化開始温度を調べた。膜中のTi、Cr、Alの成分組成はEPMAにより測定した。また、膜の結晶構造はX線回折により同定した。酸化開始温度は、白金サンプルを用いて、熱天秤により人工乾燥空気中で室温から5℃/minの昇温速度

で加熱したときに重量変化が生じる温度を測定し、その温度を酸化開始温度とした。前記式(1)の値は、前述のようにX線回折装置にてCuのK α 線を用いて各結晶面のピーク強度を測定して求めた。得られた膜の成分組成、結晶構造、ビッカース硬度、酸化開始温度および前記式(1)の値を表1に示す。

【0046】

【表1】

実験No.	組成 (原子比)			ビッカース硬度	酸化開始温度 (°C)	結晶構造※	式(1)の値
	Ti	Cr	Al				
1	0.27	0.07	0.66	3090	850	B1	1
2	0.21	0.08	0.71	3010	880	B1+Hex	0.83
3	0.19	0.07	0.74	2960	900	B1+Hex	0.81
4	0.09	0.15	0.76	2950	920	B1+Hex	0.86
5	0.02	0.19	0.79	2900	960	B1+Hex	0.82
6	0.18	0.12	0.70	3300	880	B1	1
7	0.09	0.19	0.72	3500	910	B1	1
8	0.04	0.21	0.75	3300	940	B1	1
9	0.28	0.12	0.60	3080	850	B1	1
10	0.18	0.20	0.62	3200	870	B1	1
11	0.11	0.22	0.67	3340	890	B1	1
12	0.10	0.28	0.62	3130	870	B1	1
13	0.04	0.28	0.68	3210	910	B1	1
14	0.04	0.33	0.63	3110	880	B1	1
15	0.17	0.25	0.58	3050	860	B1	1
16	0.10	0.34	0.56	3020	860	B1	1
17	0.04	0.38	0.58	3030	870	B1	1
18	0.32	0.10	0.58	2870	830	B1	1
19	0.22	0.26	0.52	2920	830	B1	1
20	0.04	0.43	0.53	2820	840	B1	1
21	0.44	0	0.56	2700	800	B1	1
22	0.40	0	0.60	3050	820	B1	1
23	0.25	0	0.75	2700	850	B1	1
24	0.17	0.05	0.78	2300	900	B1+Hex	0.55
25	0.10	0.10	0.80	2200	930	B1+Hex	0.35
26	0.03	0.17	0.80	2500	960	B1+Hex	0.75
27	0	0.25	0.75	2650	950	B1	1

※ B1は岩塩構造を表し、HexはZnS型構造を表す

【0047】

表1より、No. 21, 22および23に示すTiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$)の皮膜硬度は2700~3050で、酸化開始温度は800~850℃であるが、皮膜硬度および酸化開始温度の両方を同時に高めることはできていない。これに対し、本発明の成分組成範囲を満たすNo. 1~17では、高いビッカース硬度および酸化開始温度を同時に達成することができた。

【0048】

図7は、(Ti, Al, Cr)N膜における金属成分Ti、AlおよびCrの組成図にて本発明範囲とNo. 1~27の実施例を示したものであるが、この図7の●、▲および■に示されるように、本発明の範囲内にあるNo. 1~17は、TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) の示す高硬度および高酸化開始温度を同時に達成させることができた。特に、図7にて■で示す好ましい成分組成範囲内にあるNo. 3~5は、酸化開始温度がTiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) とほぼ同程度でかつ非常に高い硬度を示し、No. 15~17は、硬度がTiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) の最高レベルと同等でかつ高い酸化開始温度を示す結果となった。

【0049】

また、図7にて●で示すより好ましい成分組成範囲内にあるNo. 6~9、10~14は、従来のTiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) では実現し得なかった最高の硬度および最高の酸化開始温度を達成することができ、いずれにしても従来のTiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) 膜より高い耐摩耗性を発揮できることとなった。

【0050】

これに対し、図7にて○で示す本発明の規定成分組成を満たさないNo. 18~20、24~27は、高いピッカース硬度および酸化開始温度を同時に示すものではなく、上記TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) と同程度かまたはそれ以下となったため、TiAlN ($0.56 \leq Al \leq 0.75$) よりも優れた耐摩耗性を期待することはできない。

【0051】

[実施例2]

前記実施例1で得られた硬質皮膜を被覆したエンドミルのうち、No. 1, 4, 7, 11, 16, 18, 19, 22, 24および27について切削試験を行い、摩耗評価を行った。被削材としてSKD61焼き入れ鋼(HRC50)を用いた。切削条件は以下の通りである。摩耗評価は、上記各エンドミルを用いて被削材を20m切削後、刃先を光学顕微鏡で観察して摩耗幅を測定した。その結果を表2に示す。

切削条件

切削速度：200 m/min

送り速度：0.07 mm/刃

切り込み：5 mm

ピックフィード：1 mm

切削油：エアブローのみ

切削方向：ダウンカット

【0052】

【表2】

実験No.	摩耗幅(μ m)
1	38
4	32
7	24
11	26
16	33
18	59
19	55
22	48
24	73
27	52

【0053】

表2より、本発明の要件を満たす皮膜をコーティングしたNo. 1, 4, 7, 11および16のエンドミルは、本発明の要件を満足しない皮膜をコーティングしたNo. 18, 19, 22, 24および27のエンドミルと比較して摩耗幅が小さく、耐摩耗性に優れていることがわかる。

【0054】

【実施例3】

組成がTi:9at%、Cr:19at%、Al:72at%の合金ターゲットを用い、成膜時間を変化させて行ったことを除き、前記実施例1と同様にして超硬合金製エンドミル（直径10mm、2枚刃）上に表3に示す種々の膜厚のTiCrAlN膜を成膜した。この時、蒸発源には前記図4に示す蒸発源を用いた。また、成膜時のバイアス電圧は100Vとした。尚、得られた膜の金属成分を

EPMAにて組成分析したところ、Ti:10at%、Cr:20at%、Al:70at%であった。成膜後のエンドミルの耐摩耗性を、前記実施例2と同様にして切削試験を行い評価した。その結果を表3に併記する。

【0055】

【表3】

実験No.	膜厚 (μm)	摩耗幅 (μm)
28	0.9	30
29	2	24
30	4	25
31	10	20
32	18	20
33	0.3	55
34	21	被削材を15m切削した時点で刃先が欠損

【0056】

表3より、本発明で好ましいとする膜厚のNo. 28~32は、摩耗幅が小さく優れた耐摩耗性を示すのに対し、No. 33は、膜厚が薄いため耐摩耗性に劣る結果となった。またNo. 34は膜厚が厚すぎるため切削中に刃先が欠損した。

【0057】

【実施例4】

組成がTi:9at%、Cr:19at%、Al:72at%の合金ターゲットを用い、アース電位に対して基板側がマイナスとなるようバイアス電圧を50~400Vの範囲内で変化させて30分間成膜を行ったことを除き、前記実施例1と同様にして超硬合金製チップ上に成膜を行った。得られた皮膜の結晶構造をX線回折により同定した。また成膜後の超硬合金製チップを破断し、その断面を走査型電子顕微鏡で観察して膜厚を測定した。これらの結果を表4に示す。

【0058】

【表 4】

実験No.	バイアス電圧 (V)	膜厚 (μm)	結晶構造
35	50	4.3	B1+Hex
36	70	4.1	B1
37	150	3.8	B1
38	250	3.3	B1
39	300	2.5	B1
40	350	0.7	B1
41	400	ほとんど成膜されず	同定できず

※ B1は岩塩構造を表し、HexはZnS型構造を表す

【0059】

表4より、No. 36～40は、本発明で好ましいとするバイアス電圧範囲内としたものであり、この様なバイアス電圧で成膜することによって最適な結晶構造または膜厚とすることができた。これに対し、No. 35は本発明で好ましいとするバイアス電圧よりも低いため、結晶構造がB1+Hexの混合相となり、優れた耐摩耗性を期待することができない。また、No. 40および41は、本発明で好ましいとするバイアス電圧よりも高く、膜厚が薄いかほとんど成膜されないため、優れた耐摩耗性を期待することができない。

【0060】

【発明の効果】

本発明は以上の様に構成されており、従来のTiAlNにCrを添加し、かつこれらTi、Al、Crの成分組成を本発明の如く制御することによって、従来の切削工具用硬質皮膜よりも耐摩耗性に優れた硬質皮膜を得ることができた。こうした硬質皮膜の実現によって、高速切削や焼き入れ鋼など高硬度鋼の切削に用いることのできる長寿命の切削工具を供給できることとなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】

(Ti, Al, Cr)N膜における金属成分Ti、AlおよびCrの組成図にて本発明範囲を示したものである。

【図2】

本発明の実施に使用するアークイオンプレードイング(AIP)装置の一例を示した概略図である。

【図 3】

本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図である。

【図 4】

本発明の実施に供する別のアーク式蒸発源要部を拡大した断面概略図である。

【図 5】

従来の本発明の実施に供するアーク式蒸発源要部の一例を拡大した断面概略図である。

【図 6】

成膜した ($Ti_{0.1}$, $Cr_{0.2}$, $Al_{0.7}$) N 膜の X 線回折結果を示したものであり、(1) は本発明者らの蒸発源、(2) は従来の蒸発源を用いて成膜した結果を示す。

【図 7】

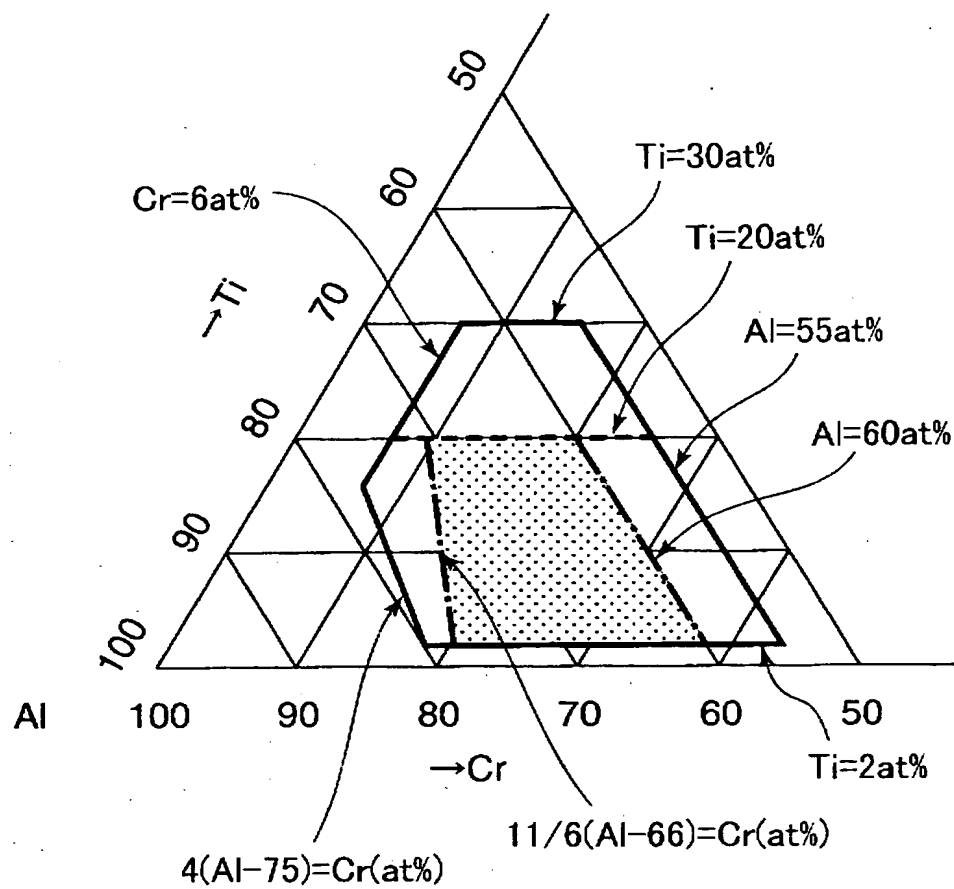
(Ti , Al , Cr) N 膜における金属成分 Ti 、 Al および Cr の組成図にて本発明範囲と実施例を示したものである。

【符号の説明】

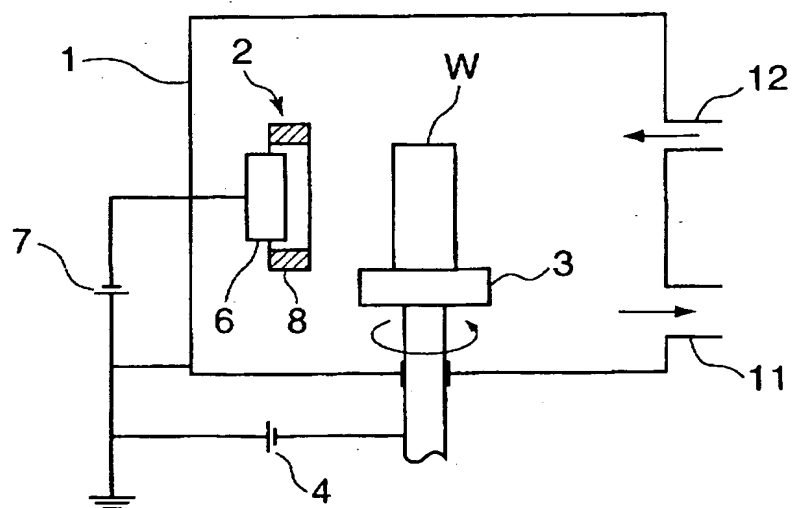
- 1 真空容器
- 2、2A アーク式蒸発源
- 3 支持台
- 4 バイアス電源
- 6 ターゲット
- 7 アーク電源
- 8 磁石 (磁界形成手段)
- 9 電磁石 (磁界形成手段)
- 11 排気口
- 12 ガス供給口
- W 被処理体
- S ターゲットの蒸発面

【書類名】 図面

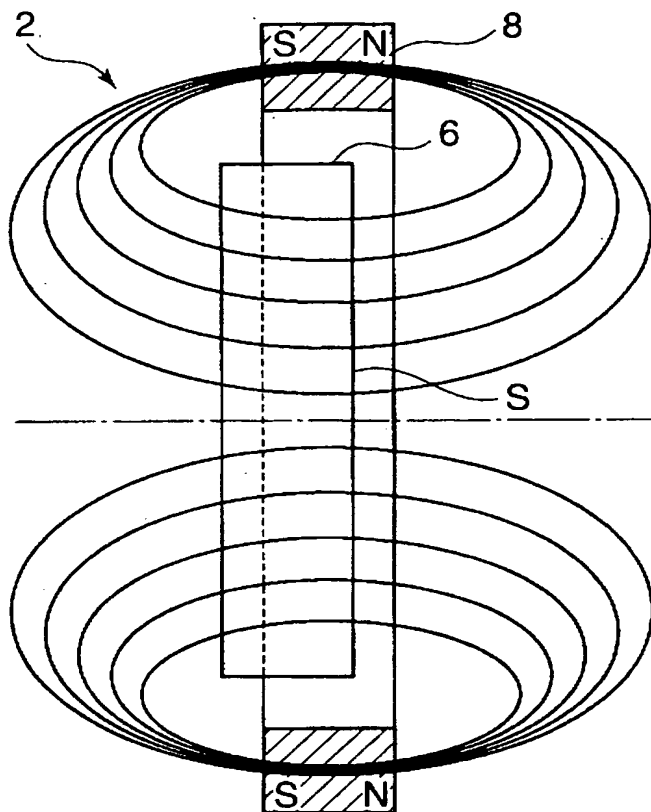
【図 1】



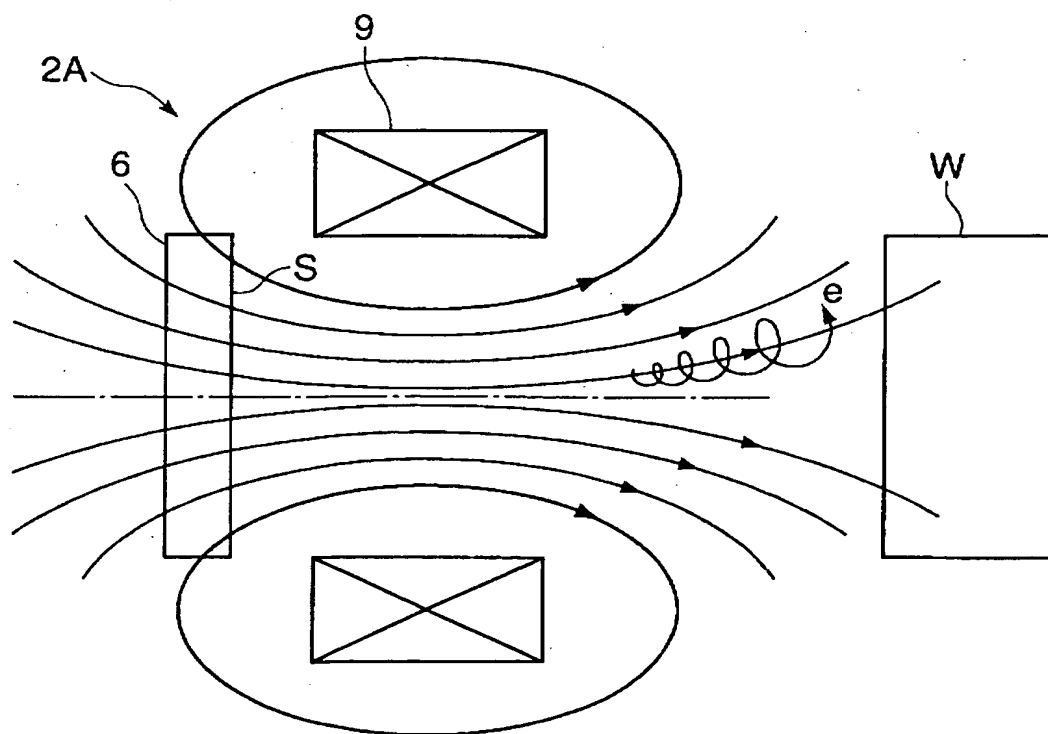
【図 2】



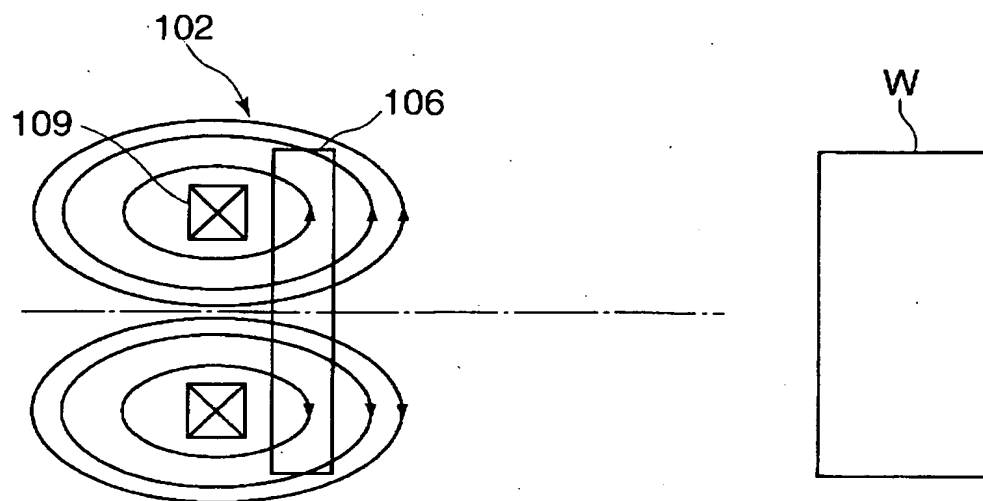
【図 3】



【図 4】

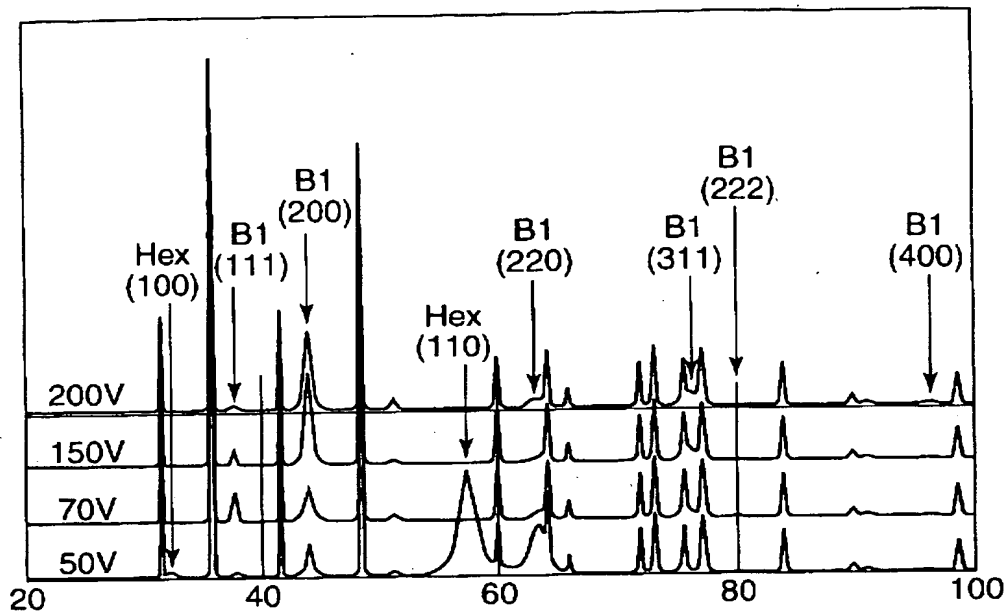


【図 5】

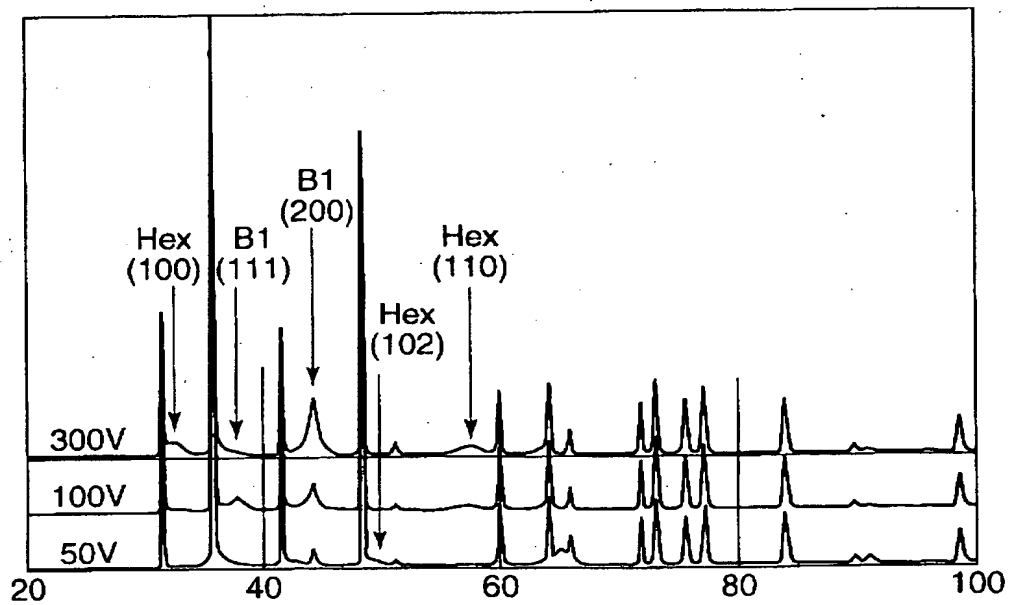


【図 6】

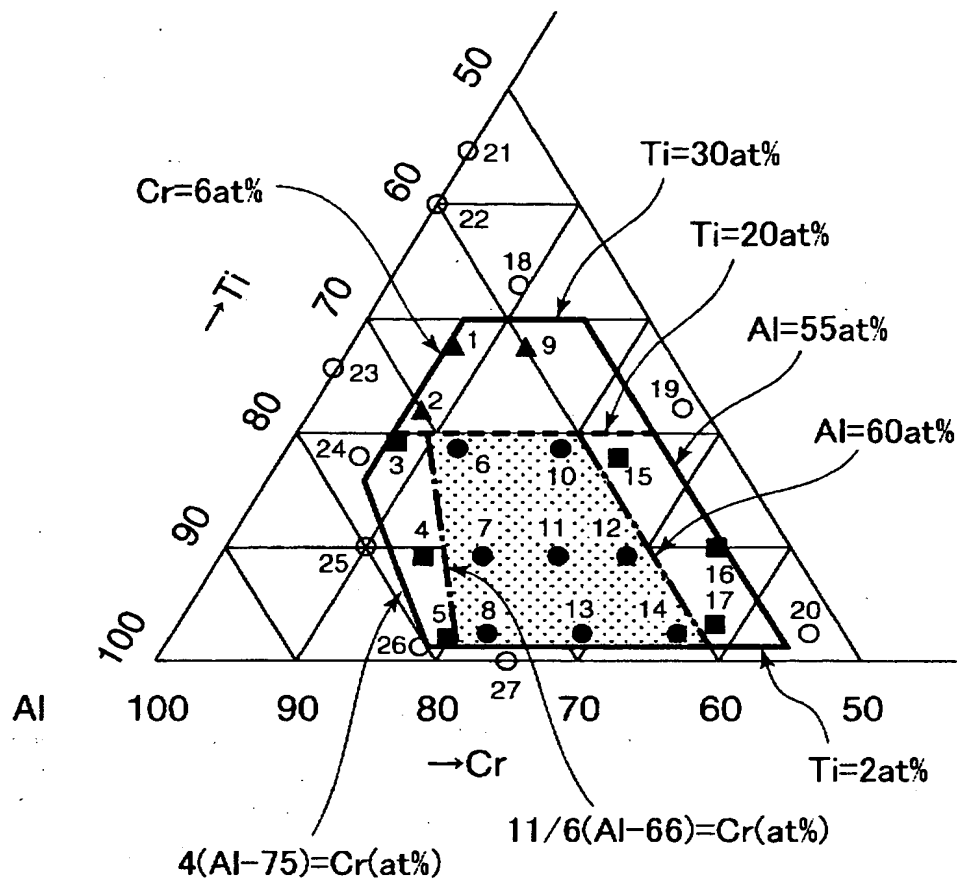
(1)



(2)



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 TiAlN膜よりも耐摩耗特性に優れた切削工具用硬質皮膜を提供する。

【解決手段】 $(Ti_a, Al_b, Cr_c)N$ からなる硬質皮膜であって、Ti, Al, Crそれぞれの原子比a, b, cを、 $0.02 \leq a \leq 0.30$ 、 $0.55 \leq b \leq 0.765$ 、 $0.06 \leq c$ 、 $a+b+c=1$ 、または $0.02 \leq a \leq 0.175$ 、 $0.765 \leq b$ 、 $4(b-0.75) \leq c$ 、 $a+b+c=1$ となるようにする。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2000-402555
受付番号	50001706319
書類名	特許願
担当官	寺内 文男 7068
作成日	平成 13 年 1 月 5 日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000001199
【住所又は居所】	兵庫県神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番 18 号
【氏名又は名称】	株式会社神戸製鋼所

【代理人】

申請人

【識別番号】	100067828
【住所又は居所】	大阪府大阪市北区中之島 2 丁目 2 番 2 号 ニチメ ンビル 三協国際特許事務所

【氏名又は名称】	小谷 悦司
----------	-------

【選任した代理人】

【識別番号】	100075409
【住所又は居所】	大阪府大阪市北区中之島 2 丁目 2 番 2 号 ニチメ ンビル 三協国際特許事務所

【氏名又は名称】	植木 久一
----------	-------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001199]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

氏 名 株式会社神戸製鋼所